

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 05295144  
 (43) Date of publication of application: 09.11.1993

(51) Int. Cl. C08J 7/16

C08F220/22, C08F230/08, C08F275/00, C08J 7/04, G02C 7/04

(21) Application number: 04095528  
 (22) Date of filing: 15.04.1992

(71) Applicant: SEIKO EPSON CORP  
 (72) Inventor: AOYAMA HIROSHI  
 KIGUCHI HIROSHI

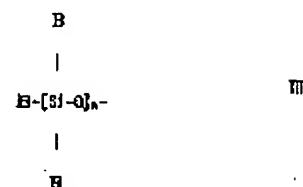
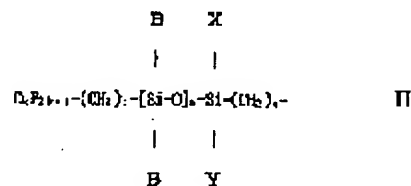
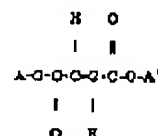
## (54) PRODUCTION OF CONTACT LENS

## (57) Abstract:

**PURPOSE:** To obtain the lens which is completely freed from unreacted monomer and is nontoxic by subjecting a contact lens base made from a specified polymer to specified treatments.

**CONSTITUTION:** The surface of a contact lens base made from a methacrylic ester/fumaric ester copolymer essentially consisting of an alkyl methacrylate, an alkyl fumarate/fluoroalkyl fumarate and a siloxanyl fumarate of formula I [wherein A and A' are each a 1-5C alkyl or a group of formula II (wherein X and Y are each A or a group of formula III; B is A; and k, l, m and n are each 0 or greater)] is subjected to a discharge treatment at atmospheric pressure or in a vacuum. A hydrophilic monomer (e.g. acrylamide) is grafted onto this surface, and the grafted base is immersed in a solvent, desirably water at 20°C or above.

COPYRIGHT: (C) 1993 JPO&amp;Japio



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-295144

(43) 公開日 平成5年(1993)11月9日

| (51) Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号  | 庁内整理番号  | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|---------|-----|--------|
| C 0 8 J 7/16              | C E Y | 7258-4F |     |        |
| C 0 8 F 220/22            | M M T | 7242-4J |     |        |
| 230/08                    | M N U | 7242-4J |     |        |
| 275/00                    | M Q N | 7142-4J |     |        |
| C 0 8 J 7/04              | C E Y |         |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数3(全7頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平4-95528

(22) 出願日 平成4年(1992)4月15日

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 青山 拓

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(72) 発明者 木口 浩史

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 鈴木 喜三郎 (外1名)

(54) 【発明の名称】 コンタクトレンズの製造方法

(57) 【要約】

【目的】 コンタクトレンズ表面にグラフト重合処理を施す際、最終的に得られるレンズ表面に残存する、未重合反応物であるモノマーを完全に除去する。

【構成】 表面グラフト重合処理後、レンズを溶媒に浸漬する。

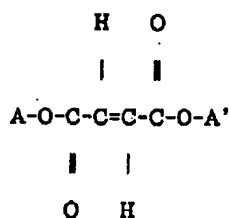
【効果】 これにより、最終的に得られるレンズ表面に残存する、未重合反応物であるモノマーを完全に除去することができ、無毒性であるコンタクトレンズを獲得することができる。

1

【特許請求の範囲】

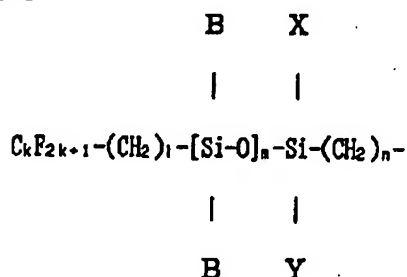
【請求項1】 少なくともアルキルメタクリレートと、アルキルフマレート・フルオロアルキルフマレートおよびシロキサニルフマレート（

【化1】



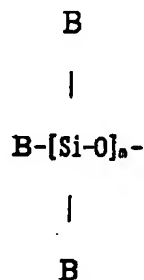
式中A、A'はC<sub>1</sub>～C<sub>8</sub>のアルキル基またはD基からなる群より選ばれ、Dは構造式

【化2】



をもつ基である。式中XおよびYはC<sub>1</sub>～C<sub>8</sub>のアルキル基およびZ基からなる群から選ばれ、Zは構造式

【化3】



をもつ基であり、BはC<sub>1</sub>～C<sub>8</sub>のアルキル基を示す。k、l、m、nは0、又は正の整数を示す。）との共重合物たるメタクリル酸およびフマル酸のエステル化合物のポリマーを原材料としたコンタクトレンズ基材に関し、（a）その表面を常圧あるいは減圧下で放電処理する工程と、（b）前記基材表面に親水性モノマーをグラフト重合する工程と（c）グラフト化基材を溶媒に浸漬する工程とからなることを特徴とするコンタクトレンズの製造方法。

【請求項2】 請求項1記載の（c）工程における溶媒が、水であることを特徴とするコンタクトレンズの製造方法。

【請求項3】 請求項2記載の水の温度が20℃以上であることを特徴とするコンタクトレンズの製造方法。

2

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は表面の濡れ性を恒久的に維持し、装用感に優れたハードコンタクトレンズを獲得するための製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 コンタクトレンズ装用時の異物感を減少させて装用感を向上させるには、角膜とレンズ表面とのなじみを良くすることが重要である。具体的な方法としては、コンタクトレンズ表面に親水性モノマーをグラフト重合することにより、レンズ表面の濡れ性を向上させることがあげられる。ところで、表面グラフト重合の処理工程を簡単に説明すると、まず放電処理等を施したコンタクトレンズ基材をモノマー溶液中に浸漬する。次に溶存酸素を除いた後これに加温等を施し表面グラフト重合処理を行う。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、前述の従来技術では、未重合反応のモノマー成分がレンズ基材表面に残存し、この残存モノマーが原因でコンタクトレンズ装用時に目に刺激を生じたり、角膜の混濁、結膜の充血、最悪の場合には失明につながるといった課題を有していた。

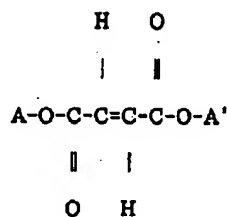
【0004】 そこで、本発明は従来のこのような課題を解決するものであり、その目的とするところは、表面グラフト重合後のにレンズ表面に、未重合反応物であるモノマーが残存せず、完全に無毒性であるコンタクトレンズの製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決するために本発明のコンタクトレンズの製造方法は、少なくともアルキルメタクリレートと、アルキルフマレート・フルオロアルキルフマレートおよびシロキサニルフマレート（

【0006】

【化4】



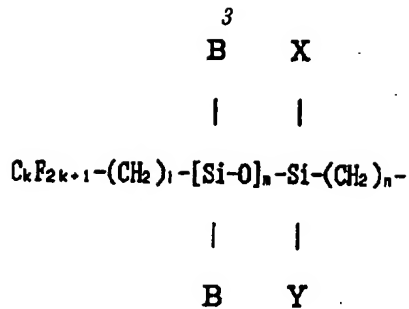
【0007】 式中A、A'はC<sub>1</sub>～C<sub>8</sub>のアルキル基またはD基からなる群より選ばれ、Dは構造式

【0008】

【化5】

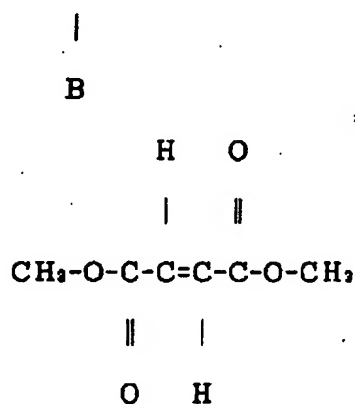
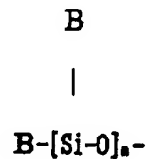
(3)

特開平5-295144

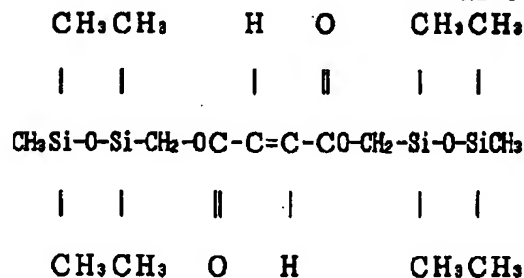


【0009】をもつ基である。式中XおよびYはC<sub>1</sub>～C<sub>5</sub>のアルキル基およびZ基からなる群から選ばれ、Zは構造式

【0010】  
【化6】



【0015】ビス（ペンタメチルジシロキサニルメチル）フマレート



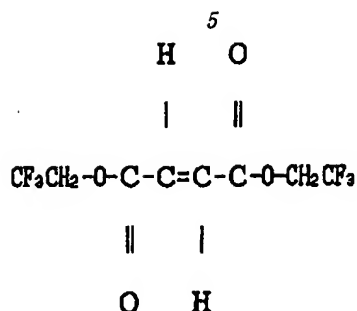
【0017】ビス（トリフルオロエチル）フマレート

【0018】  
【化9】

\*【0011】をもつ基であり、BはC<sub>1</sub>～C<sub>5</sub>のアルキル基を示す。k, l, m, nは0, 又は正の整数を示す。）との共重合物たるメタクリル酸およびフマル酸のエステル化合物のポリマーを原材料としたコンタクトレンズ基材に関し、（a）その表面を常圧あるいは減圧下で放電処理する工程と、（b）前記基材表面に親水性モノマーをグラフト重合する工程と（c）グラフト化基材を溶媒に浸漬する工程とからなることを特徴とする。また、前記（c）工程における溶媒が水であることを特徴とする。また、この水の温度が20℃以上であることを特徴とする。

【0012】なお、代表的なフマル酸のエステル化合物には以下のものがあげられる。

【0013】ジメチルフマレート  
【0014】  
【化7】



【0019】以下、実施例により本発明の詳細を示す。

【0020】

【実施例】

(実施例1) アクリルアミド10gを蒸留水に溶かして100mlとし、モノマー水溶液を調製した。

【0021】グラフト重合は次のようにして行なった。アルキルフマレート、シロキサニルフマレート、フルオロアルキルフマレート、メチルメタクリレートの共重合物よりなるコンタクトレンズ基材を用意した。

【0022】放電装置（電極間6センチメートル、電極間電圧270ボルト、周波数60ヘルツ）にレンズ基材を設置して、0.04トールのアルゴン雰囲気中で5秒間グロー放電処理をした。放電処理したレンズ基材を空气中にさらした後、これを試験管に入れ、前記モノマー水溶液をレンズ基材が十分浸かる量加えた。これを真空系に接続し、管内を脱気し、そのまま真空封管を行った。この状態で試験管を往復振とう機（EP-1、大洋サービスセンター株式会社製）に挿入し揺動を与えながら80℃の恒温下で60分間基材表面へのグラフト重合処理を行った。重合終了後、レンズを取り出し、これを所定温度に設定した純水中に浸漬し3時間リンスをおこなった。温度設定は表1の如く行い、各温度毎に1グラ

6

ム（約100枚）のコンタクトレンズを用いた（試料1～8）。一方、比較のために従来の方法による表面グラフト化コンタクトレンズ、すなわち上述の純水によるリンス工程を省いた方法によるものも1グラム（約100枚）用意した（比較例1）。レンズ表面に残存するモノマー（ここではアクリルアミド）は以下に示す方法で定量した。

【0023】十分に乾燥したコンタクトレンズをハンマーで粉砕し、50メッシュのふるいにかけて正確に1グラム回収し、ガラスビンに入れた。これに50mlの純水を加え、オートクレーブ内で30分間100℃に保った。オートクレーブから取り出し室温まで冷却した後上澄み液を採取し、これを液体クロマトグラフィーによる分析に供した。

【0024】試料1～8及び比較例1に対して得られたアクリルアミドのピーク高を表1に示した。ここで、ピーク高は比較例1に対するものを1.0とした相対値を表す。表1より明らかなように、比較例1、すなわち従来の方法によるものは分析の結果最も多量のアクリルアミドモノマーが検出された。これに対し、本発明によるもの（試料1～8）はほとんどアクリルアミドモノマーが検出されず、特に試料1～6、すなわち純水によるリンス工程で純水の温度が20℃以上の場合は、3時間の浸漬でレンズ表面よりアクリルアミドモノマーが完全に除去されていることが明かとなった。

【0025】本実施例ではリンス工程における溶媒として純水を用いたが、これに限定することなく、モノマーに対してある程度の溶解度を有する溶媒であれば何でも良い。

【0026】

【表1】

|      | 7           | 8                    |
|------|-------------|----------------------|
|      | 設定温度<br>(℃) | アクリルアミド<br>ピーク値(相対値) |
| 試料1  | 15.0        | 0.15                 |
| 試料2  | 19.0        | 0.06                 |
| 試料3  | 20.0        | 0.00                 |
| 試料4  | 30.0        | 0.00                 |
| 試料5  | 40.0        | 0.00                 |
| 試料6  | 50.0        | 0.00                 |
| 試料7  | 60.0        | 0.00                 |
| 試料8  | 70.0        | 0.00                 |
| 比較例1 | リンスせず       | 1.00                 |

\* ピーク値は比較例1に対するものを1.00

として規格化した。

【0027】(実施例2)アクリルアミド10gを蒸留水に溶かして100mlとし、モノマー水溶液を調製した。

【0028】グラフト重合は次のようにして行なった。アルキルフマレート、シロキサニルフマレート、フルオロアルキルフマレート、メチルメタクリレートの共重合物よりなるコンタクトレンズ基材を用意した。

【0029】電極間距離3.5センチメートル、電極間電圧15キロボルト、周波数60ヘルツのコロナ放電処理装置の電極間に厚み1.5ミリメートルのスペーサで作った空間にこのレンズ基材を設置し、放電処理をおこなった。尚、片面ずつ、両面に40秒ずつ放電処理をした。次にこの放電処理したレンズ基材を試験管に入れ、前記モノマー水溶液をレンズ基材が十分浸かる量加えた。これを真空系に接続し、管内を脱気し、そのまま真空封管を行った。この状態で試験管を往復振とう機(E P-1、大洋サービスセンター株式会社製)に挿入し揺動を与えながら80℃の恒温下で60分間基材表面へのグラフト重合処理を行った。重合終了後、レンズを取り出し、これを所定温度に設定した純水中に浸漬し3時間リンスをおこなった。温度設定は表2の如く行い、各温度毎に1グラム(約100枚)のコンタクトレンズを用

いた(試料1~8)。一方、比較のために従来の方法による表面グラフト化コンタクトレンズ、すなわち上述の純水によるリンス工程を省いた方法によるものも1グラム(約100枚)用意した(比較例1)。

【0030】レンズ表面に残存するモノマー(ここではアクリルアミド)は以下に示す方法で定量した。

【0031】十分に乾燥したコンタクトレンズをハンマーで粉碎し、50メッシュのふるいにかけて正確に1グラム回収し、ガラスビンに入れた。これに50mlの純水を加え、オートクレーブ内で30分間100℃に保った。オートクレーブから取り出し室温まで冷却した後上澄み液を採取し、これを液体クロマトグラフィーによる分析に供した。

【0032】試料1~8及び比較例1に対して得られたアクリルアミドのピーク高を表2に示した。ここで、ピーク高は比較例1に対するものを1.0とした相対値を表す。

【0033】表2より明らかなように、比較例1、すなわち従来の方法によるものは分析の結果最も多量のアクリルアミドモノマーが検出された。これに対し、本発明によるもの(試料1~8)はほとんどアクリルアミドモノマーが検出されず、特に試料1~6、すなわち純水に

よるリンス工程で純水の温度が20℃以上の場合は、3時間の浸漬でレンズ表面よりアクリルアミドモノマーが完全に除去されていることが明かとなった。

【0034】本実施例ではリンス工程における溶媒として純水を用いたが、これに限定することなく、モノマー\*

\*に対してある程度の溶解度を有する溶媒であれば何でも良い。

【0035】

【表2】

|      | 設定温度<br>(℃) | アクリルアミド<br>ピーク値(相対値) |
|------|-------------|----------------------|
| 試料1  | 15.0        | 0.15                 |
| 試料2  | 19.0        | 0.06                 |
| 試料3  | 20.0        | 0.00                 |
| 試料4  | 30.0        | 0.00                 |
| 試料5  | 40.0        | 0.00                 |
| 試料6  | 50.0        | 0.00                 |
| 試料7  | 60.0        | 0.00                 |
| 試料8  | 70.0        | 0.00                 |
| 比較例1 | リンスせず       | 1.00                 |

\*ピーク値は比較例1に対するものを1.00

として規格化した。

【0036】本発明の実施例においては、フマレート製コンタクトレンズを用いて説明してきたがこれに限ることなく、その他のハードコンタクトレンズやシリコンラバーなどのソフトコンタクトレンズについても同様な結果を得ている。

【0037】さらに、ポリエチレンフィルム、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、アセテート、ポリエステル、ポリビニルアルコール、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリウレタンその他様々な高分子材料の表面処理に対しても同様な結果が得られた。

【0038】加えて、上にあげた材料を使用した各種包装材、農業用保水材、または人工臓器などの医療用製品にも応用が可能である。

【0039】

【発明の効果】本発明によれば、表面グラフト重合処理に続き、溶媒中でリンス処理を行なっているのでコンタクトレンズ表面に未重合反応物であるモノマーが残存せず、完全に無毒性であるコンタクトレンズを獲得することができる。

(7)

特開平5-295144

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

G 0 2 C 7/04

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所